

DIALOG(R)File 347:JAPIO
(c) 2000 JPO & JAPIO. All rts. reserv.

BEST AVAILABLE COPY

03618265
POLISHING METHOD UTILIZING CHEMICAL ACTION

PUB. NO.: 03-281165 [JP 3281165 A]
PUBLISHED: December 11, 1991 (19911211)
INVENTOR(s): HATTA KENICHI
YASUNAGA NOBUO
APPLICANT(s): NIPPON STEEL CORP [000665] (A Japanese Company or
Corporation), JP (Japan)
APPL. NO.: 02-083531 [JP 9083531]
FILED: March 30, 1990 (19900330)
INTL CLASS: [5] B24B-037/00
JAPIO CLASS: 25.2 (MACHINE TOOLS -- Cutting & Grinding)
JOURNAL: Section: M, Section No. 1222, Vol. 16, No. 107, Pg. 162,
March 17, 1992 (19920317)

ABSTRACT

PURPOSE: To provide a clean machined surface through removal of a residue, e.g. a reactant, abrasive grains, on a material surface by feeding the abrasive grains in a state that the abrasive grains are suspended in an acid or alkaline solution.

CONSTITUTION: A reactant is produced at a contact point between a material and abrasive grains by using the abrasive grains having hardness lower than that of the material. In this case, the abrasive grains are fed in a state to be suspended in an acid or alkaline solution to effect polishing. This method prevents residence of a reactant on a material surface.

JP-B2-8-22503

When a SiC surface is mechanochemically polished, Cr_2O_3 is used as abrasive grains, and HF solution is used as processing liquid. The abrasive grains and the processing liquid remove an oxide film formed on the SiC surface.

BEST AVAILABLE COPY

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許出願公告番号

特公平8-22503

(24) (44) 公告日 平成8年(1996) 3月6日

(51) Int.Cl.⁶

B 2 4 B 37/00

識別記号

F

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

請求項の数 1 (全 3 頁)

(21) 出願番号 特願平2-83531

(22) 出願日 平成2年(1990) 3月30日

(65) 公開番号 特開平3-281165

(43) 公開日 平成3年(1991) 12月11日

審判番号 平6-8377

(71) 出願人 999999999

新日本製鐵株式会社

東京都千代田区大手町2丁目6番3号

(72) 発明者 八田 健一

神奈川県川崎市中原区井田1618番地 新日

本製鐵株式会社第1技術研究所内

(72) 発明者 安永 暢男

神奈川県川崎市中原区井田1618番地 新日

本製鐵株式会社第1技術研究所内

(74) 代理人 弁理士 三浦 祐治

審判の合議体

審判長 後藤 正彦

審判官 伊藤 頌二

審判官 豊原 邦雄

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 化学作用を利用したポリシング法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 材料よりも硬度の低い砥粒を用いて材料と砥粒との接触点で反応物を生成させる硬脆材料のポリシング法において、砥粒を加工液に懸濁して供給することにより反応物を加工液にてエッチングすることを特長とする化学作用を利用したポリシング法。

【発明の詳細な説明】

〔産業上の利用分野〕

本発明は硬脆材料のポリシング法に関する。

〔従来の技術〕

一般的に硬脆材料のポリシングは、材料よりも硬度の高い砥粒（主にダイヤモンド）を用い、砥粒による微小破壊などの機械的作用を利用して行なわれる。この場合ある程度の加工能率は得られるものの、加工面にスクラッチが残存したり加工歪が発生することが多く、電子材

料や光学材料の場合は材料の電気的特性や光学的特性が劣化し、構造材料などでは機械的強度は低下して破壊をまねくなど材料の特性を損なうこととなる。また、この方法において加工液にアルカリ性溶液を用いる場合もあるが、これは材料表面を軟質にすることを目的としており、加工面によりいつそうスクラッチ等が発生しやすくなる。

それに対して、材料よりも硬度の低い砥粒を乾式で供給し、材料と砥粒との接触点で高温・高压状態による反応物を生成し、その反応物を摩擦力で除去するメカノケミカルポリシング法がある（電子技術総合研究所研究報告書第776号）。この加工法は材料よりも硬度の低い砥粒を使用するため砥粒が材料に押し込まれることがなく、材料表面の破壊がおこらず、スクラッチが残存したり加工歪が発生することがない。また、加工する材料に

対して適切な砥粒を選択することにより、一般的なポリシング法である材料よりも硬度の高い砥粒を用いるポリシング法と同程度以上の加工能率が得られる。

しかしこのメカノケミカルポリシング法では、摩擦力のみで材料表面に生成された反応物を除去するため、反応物が完全に除去されず表面に残留物として残ってしまう可能性がある。また加工液を用いない乾式であるため、材料表面に均等に供給することが困難であり、加工が不均一となり精度良く研磨することが難しい。さらに砥粒の飛散によって作業環境の悪化をまねく。

〔発明が解決しようとする課題〕

本発明は、材料よりも硬度の低い砥粒を用いて材料と砥粒との接触点で反応物を生成させる硬脆材料のポリシング法において、材料表面の反応物の除去、加工の不均一性、作業環境の悪化という問題を解決するとともに、さらに加工能率も向上させるポリシング法を提案するものである。

〔課題を解決するための手段〕

本発明は、硬脆材料のポリシング法の一つである材料よりも硬度の低い砥粒を用いて材料と砥粒との接触点で反応物を生成させるメカノケミカルポリシング法において、砥粒を加工液に懸濁して供給することにより反応物を加工液にてエッチングすることを特徴とする化学作用を利用したポリシング法である。

〔作用〕

従来のメカノケミカルポリシング法では、材料と砥粒との接触点で生成された反応物を摩擦力のみで除去するが、本発明では摩擦力だけでなく、反応物に対してエッチング作用を有する酸性またはアルカリ性の加工液によるエッチング作用によっても除去する。そのため従来のメカノケミカルポリシング法のように材料表面に反応物が残留する可能性がない。さらにエッチング作用を重量させることにより生成された反応物を効率的に除去できるため、従来に比べて非常に高い加工能率が得られる。また砥粒を液体とともに供給することにより、材料に対して砥粒を均等に供給することができ、加工が不均一とならず精度の高い加工が可能となる。さらには湿式であるため砥粒の飛散が防げ、作業環境の向上が図れる。

硬脆材料、砥粒、加工液の種類およびPH値の組合せの例を第1表に示す。

Siの場合はBaCO₃やCaCO₃の砥粒との間でケイ酸塩が反応物として形成される。このケイ酸塩はKOH, NaOHなどの強アルカリやフッ酸に溶解するので、これらを加工液として用いる。この場合、アルカリ性ではPH9~12が望ましく、酸性ではPH3~5が望ましい。第1表で溶液のPHを限定するのは、酸性・アルカリ性の程度が低いPH5超、9未満の範囲では、砥粒と材料との反応物に対する化学作用が起らず、一方PH3未満、12超と酸性・アルカリ性の程度が高すぎると砥粒の特性が劣化するためである。

第 1 表

材料	砥粒	加工液	
		種類	PH
Si	BaCO ₃	KOH, NaOH	9~12
	CaCO ₃	HF	3~5
Si ₃ N ₄	Cr ₂ O ₃ Fe ₂ O ₃	HF	3~5
SiC	Cr ₂ O ₃	HF	3~5

またSi₃N₄に対してはCr₂O₃やFe₂O₃、SiCに対してはCr₂O₃を砥粒として用いると、両者ともSiO₂を形成する。SiO₂はフッ酸に可溶なため、フッ酸を加工液として用いる。この場合も同様の理由によりPH3~5が望ましい。

〔実施例〕

実施例 1

SiウエハをBaCO₃を砥粒として用いて、1-乾式、1-PH9のKOH水溶液に懸濁、1-PH10.5のKOH水溶液に懸濁、1-PH12のKOH水溶液に懸濁して湿式で供給してポリシングした。加工圧力は200g/cm²で、平均砥粒径は1.2μmであり、1-~1-では砥粒濃度25wt%である。その結果、それぞれの加工能率は第2表に示すように、1-5.0μm/hr、1-9.0μm/hr、1-12.0μm/hr、1-14.0μm/hrであった。なお、1-、1-の条件で加工したSi表面をESCAで分析した結果、砥粒及び砥粒とSiとの加工物は検出されず、残留物の無い清浄な表面が得られた。またウエハの平坦度を表すTTV (Total Thickness Variation) は、1-では、2.2μm、1-では1.0μmであり大きく向上した。

実施例 2

SiウエハをBaCO₃を砥粒として用いて、2-乾式で供給、2-PH3のHF水溶液に懸濁して湿式で供給してポリシングした。加工圧力は200g/cm²で、平均砥粒径は、1.2μmであり、2-では砥粒濃度25wt%で供給した。その結果、それぞれの加工能率は第2表に示すように、2-5.0μm/hr、2-10.0μm/hrであった。なお、2-の条件で加工したSi表面をESCAで分析した結果、砥粒及び砥粒とSiとの加工物は検出されず、残留物の無い清浄な表面が得られた。またウエハの平坦度を表すTTV (Total Thickness Variation) は、2-では2.2μm、2-では1.5μmであり向上した。

実施例 3

Si₃N₄をCr₂O₃ (平均粒径3μm) で、3-乾式、3-湿式 (PH5のHF水溶液に懸濁：砥粒濃度10wt%) にてポリシングした。その結果、それぞれの加工能率は第2表に示すように、乾式：3μm/hr、湿式：8μm/hrであった。また、湿式ポリシングした試料表面をESCAで分析したが、SiO₂は検出されなかった。

第 2 表

No.	材料	砥粒	加工液		加工能率 $\mu\text{m/hr}$
			種類	PH	
1-①	Si	BaCO ₃	ナシ		5
1-②	Si	BaCO ₃	KOH	9	9
1-③	Si	BaCO ₃	KOH	10.5	12
1-④	Si	BaCO ₃	KOH	12	14
2-①	Si	BaCO ₃	ナシ		5
2-②	Si	BaCO ₃	HF	3	10
3-①	Si ₃ N ₄	Cr ₂ O ₃	ナシ		3
3-②	Si ₃ N ₄	Cr ₂ O ₃	HF	5	8
4-①	SiC	Cr ₂ O ₃	ナシ		2
4-②	SiC	Cr ₂ O ₃	HF	4	5

実施例 4

SiCをCr203（平均粒径 $3\mu\text{m}$ ）で、4-乾式、4-

湿式（PH4のHF水溶液に懸濁：砥粒濃度10wt%）にてポリシングした。その結果、それぞれの加工能率は第2表に示すように、乾式： $2\mu\text{m/hr}$ 、湿式： $5\mu\text{m/hr}$ であった。また、湿式ポリシングした試料表面をESCAで分析したが、SiO₂は検出されなかった。

〔発明の効果〕

本発明により、材料よりも硬度の低い砥粒を用いて材料と砥粒との接触点で反応物を生成させる硬脆材料のポリシング法において、a) 材料表面の反応物や砥粒などの残留物が除去でき、清浄な加工面が得られる。b) 加工の不均一性が無くなり、高精度の加工が行える。c) 砥粒の飛散がなく作業環境が改善される。d) 加工能率が向上する、などの効果が得られる。

フロントページの続き

- (56) 参考文献 特開 昭49-64994 (J P, A)
 特開 昭48-90081 (J P, A)
 特開 昭60-263666 (J P, A)
 特公 昭59-53317 (J P, B 2)